

Винахід відноситься до способів одержання бурякового сапоніну з відходів бурякоцукрового виробництва, а саме хвостиків та бою буряку, і може бути використаний для отримання біологічно активної речовини - сапоніну.

Існуючі методи одержання сапоніну складні та довготривалі, а також не дають повного очищення цільової речовини від інших нецукрів та цукрів.

Відомий спосіб [Andriik K. Versuch uber die Bestimmung von Saponin Im Saturationschlamm // Zeitschrift fur die Zuckerindustrie In Bohmen. - 1916-1917. - № 51], в якому сапонін із преддефекаційного осаду виділяють послідовним розчиненням концентрованими оцтовою, соляною кислотами та спиртом з промиванням осаду підкисленою водою після кожного етапу обробки. Сапонін осаджують 10-кратним розведенням суміші всіх фільтратів та промивів водою з доведенням рН до 1,0.

Недоліки цього методу в тому, що, по-перше, значні витрати концентрованих оцтової та соляної кислот, а це означає отримання кислотних стоків та застосування кислотостійкого обладнання; по-друге, виникають ускладнення при фільтруванні та промивці, бо у преддефекаційному осаді знаходиться найбільша частина колоїдів диузійного соку.

Відомий спосіб [Сахненко В.В., Стеценко В.В. Удаление сапонина из сточных вод методом электрокоагуляции с применением алюминиевых электродов // Сахарная промышленность. -1986. -№11.-0.20-23], в якому для видалення сапоніну з виробничих стічних вод III категорії цукрових заводів використовують електрокоагуляцію із застосуванням алюмінієвих електродів при густині току 83-333 А/м² у лабораторній та 37-111 А/м² у пілотній установках.

Недоліками цього методу є: по-перше, застосування стічних вод, в яких міститься багато зависей та органічних сполук; по-друге, витрати цінного металу алюмінію, що електролітично розчиняється; по-третє, під час електрокоагуляції відбувається вилучення разом з сапоніном інших органічних забруднювачів стічної води, що ускладнює подальшу очистку та отримання чистого сапоніну.

Відомий спосіб отримання сполук "евкалімін", який має антимікробну та противірусну активність [Авт.св. СССР № 1438042, кл. А 61 К 35/78 // 07.07.93], згідно якого проводять екстракцію сировини (листя або паростів евкаліпту) органічним розчинником, упарений екстракт обробляють NaOH, лужні вилучення підкислюють концентрованою HCl, випавший осад відфільтровують, висушують та очищають на оксиді алюмінію при насиченні його водою, як елюент застосовують спирт; елюат згущують та обробляють 0,1%-ною HCl, випавший осад відфільтровують, промивають водою та висушують.

Недоліки цього методу при застосуванні для вилучення сапоніну з хвостиків та бою цукрового буряку у тому, що, по-перше, при екстрагуванні органічним розчинником із сировини в екстракт буде переходити багато інших нецукрів та цукри, які ускладнюють подальше виділення сапоніну; по-друге, дуже трудомісткий процес очищення цільового продукту із застосуванням оксиду алюмінію та спирту, переосадження розчином HCl.

Найближчим технологічним рішенням до запропонованого є спосіб отримання сапоніну із буряку [Нагорная В.А. Жижикина Р.Г., Карташов А.К. Определение сапонина в продуктах сахарного производства // Сахарная промышленность. - 1966. - № 8. -С. 39-44], у якому зрізають поверхневий шар буряку, подрібнюють, заливають 10-кратною кількістю підлужненої NaOH до рН 11,0 води, нагрівають 1 годину на водяній бані та залишають на 12 годин, після чого пульпу відділяють через марлю, фільтрат підкислюють HCl (1:3) до рН 1,0, нагрівають 1 годину на водяній бані і залишають на 12 годин. Отриманий осад відфільтровують на воронці Бюхнера з кізельгуром, осад промивають підкисленою водою до повного видалення цукру, підсушують при 105°C. Підсушений осад екстрагують 96%-ним етиловим спиртом у апараті Сокслета 8 годин, екстракт виливають у підкислену воду, отриманий білий осад фільтрують, знову розчиняють у гарячому спирті, потім осаджують водою, фільтрують та висушують при кімнатній температурі.

Недоліком цього методу є: по-перше, велика трудомісткість та довготривалість (більше 3 діб) отримання сапоніну; по-друге, як сировина використовується зрізаний поверхневий шар буряку, що потребує додаткових витрат часу та обладнання; по-третє, значні витрати реагентів (соляної кислоти та спирту) для очищення сапоніну; в четверте, промивка, екстракція та переосадження не дають повного очищення від сполук колоїдної дисперсності.

Мета винаходу - створення способу одержання сапоніну з відходів бурякоцукрового виробництва шляхом використання сировиною хвостиків та бою буряку, електродіалізу з густиною току у певних межах для очищення сапоніну від шкідливих у технології виробництва сапоніну домішок - цукрів та колоїдів, а також, на заключному етапі, перекристалізації цільової речовини водному розчині етанолу покращити та скоротити тривалість отримання біологічно активної речовини - сапоніну цукрового буряку.

Поставлена мета досягається тим, що в способі одержання сапоніну з відходів бурякоцукрового виробництва, що включає лужне екстрагування подрібненої сировини, очищення та висушування сапоніну, згідно винаходу, екстракт очищують електродіалізом біполярними та аніонітовими мембранами при густині току 27,6-46,0 А/м² до досягнення рН діалізату значень 2,0-2,7, після підкислювання, фільтрування та висушування осаду сапонін перекристалізують з 74-95%-го водного розчину етанолу, фільтрують та висушують.

Можливою сировиною для отримання сапоніну є хвостики та бій буряку - відходи бурякоцукрового виробництва.

Відомо, що сапонін є шкідливим у технології бурякоцукрового виробництва: по-перше, він є одним з основних піноутворювачів; по-друге, уповільнює дифузію цукрози, по-третє; погіршує фільтрування; в четверте, як дуже поверхнево-активна сполука, адсорбується на поверхні цукрового кристалу. Але в той же час, буряковий сапонін - біологічно активна сполука, він може бути використаний як антимікробний, антивірусний та кардіостимулюючий фармакологічні препарати. Тому постала задача створення простого і швидкого способу його одержання.

Відомо, що найбільша кількість сапоніну знаходиться у поверхневій та хвостовій частині цукрового буряку, току як сировину використовують хвостики та бій буряку - відходи м'ясного відділення цукрозаводу.

Сировину подрібнюють, проводять лужне екстрагування (як і у способі-прототипі). Екстракційну суміш охолоджують, пульпу відділяють. Для вилучення із екстракту та очищення сапоніну, і в першу чергу від цукрів проводять електродіаліз з біполярними та аніонітовими мембранами. Після цього електродіалізат, до якого переходить сапонін, підкислюють HCl (1:3) до pH 1,0; осад, що випадає, відфільтровують, промивають підкисленою дистильованою водою, висушують при 105°C та перекристалізують з 74-95% водного розчину етанолу, фільтрують та висушують при кімнатній температурі.

Вихідний екстракт отримували екстракцією 200 г подрібнених хвостиків та бою буряку при гідромодулі 10,0, підлужненні NaOH до pH 11,0, нагріванні на водяній бані протягом 1 години. Після охолодження пульпу відділяли через фільтруючу тканину. У нашому випадку вихід екстракту - 1930 мл., вміст сапоніну 0,1822 г до маси буряку.

На кресленні показаний апарат для способу одержання сапоніну.

Електроліз проводили на лабораторній установці з 6 - камерним електродіалітичним апаратом прокладкового типу із застосуванням 3 біполярних та 2 аніонітових мембран. Робоча поверхня мембран 544 см². Електродіалізували 800 мл вихідного екстракту при густині току 36,8 А/м² до досягнення pH діалізату 1,97. Значення основних контролюючих параметрів наведені у табл.1.

Зміна складу електродіалізату показала, що при досягненні pH діалізату значень 2,0-2,7 при густині току 36,8 А/м² до діалізату переходить відповідно 48,50-40,63% сапоніну від його початкової концентрації у екстракті. Подальше проведення електродіалізу суттєво не підвищує ступінь переходу сапоніну до діалізату, тільки підвищуються питомі витрати електроенергії на його вилучення, а також при pH діалізату менше 2,0 існують труднощі для вилучення сапоніну. При проведенні процесу до досягнення pH електродіалізату значення 2,7 перехід сапоніну до діалізату недостатній.

Визначення кількості спирту, необхідного для перекристалізації сапоніну на останньому етапі його очищення проводили наступним чином. Після підкислювання електродіалізату до pH 1,0, фільтрування промивання та висушування осаду, що випадає, сапонін перекристалізовували з 95-, 88- та 74%-них водних розчинів етанолу. Вихід сапоніну становив відповідно 85,1, 95,0 та 90,8% до початкової кількості у діалізаті. Використання для перекристалізації сапоніну водних розчинів етанолу з концентраціями менше 74 та більше 95% не призводить до збільшення виходу сапоніну.

Спосіб одержання сапоніну з відходів бурякоцукрового виробництва здійснюється таким чином.

Бій та хвостики цукрового буряку подрібнюють, проводять екстрагування підлужненою NaOH до pH 11,0 дистильованою водою при гідромодулі 10,0 протягом 60 хвилин на водяній бані, Після охолодження пульпу відділяють через фільтруючу тканину. Для одержання та очищення сапоніну проводять електродіаліз екстракту біполярними та аніонітовими мембранами при густині току 27,6-46,0 А/м² до досягнення pH діалізату значень 2,0-2,7. Електродіалізат доводять HCl (1:3) до значення pH 1,0. Осад, що випадає, відфільтровують, промивають підкисленою водою, висушують при 105°C. Сапонін перекристалізують з 74-95%-го водного розчину етанолу, фільтрують та висушують. Тривалість одержання сапоніну становить не більше доби.

Приклад 1. Хвостики та бій цукрового буряку подрібнили, провели екстрагування (підлужнення NaOH до pH 11,0, гідромодуль 10,0, протягом 60 хвилин на водяній бані). Екстракційну суміш охолодили, відділили пульпу. Провели електродіаліз до pH діалізату 2,1 при густині току 36,8 А/м².

Для подальшого вилучення сапоніну електродіаліз доводили HCl (1:3) до значення pH 1,0, осад відфільтровували, промивали підкисленою водою, підсушували при 105°C. Сапонін перекристалізовували з 88%-ного водного розчину етанолу.

Приклад 2. Підготовку екстракту, електродіаліз, осадження та перекристалізацію сапоніну проводили, як і у прикладі 1, з тою лише різницею, що електродіаліз проводили при густині току 27,6 А/м².

Приклад 3. Підготовку екстракту, електродіаліз, осадження та перекристалізацію сапоніну проводили, як і у прикладі 1, з тою лише різницею, що електродіаліз проводили при густині току 46,0 А/м².

Приклад 4. Підготовку екстракту, електродіаліз, осадження та перекристалізацію сапоніну проводили, як і у прикладі 1, з тою лише різницею, що електродіаліз проводили при густині току 18,4 А/м².

Приклад 5. Підготовку екстракту, електродіаліз, осадження та перекристалізацію сапоніну проводили, як і у прикладі 1, з тою лише різницею, що електродіаліз проводили при густині току 55,2 А/м².

Аналіз результатів прикладів 1-5 зведено у табл.2.

Результати табл.2 свідчать, що при електродіалізі з густиною току 27,6-46,0 А/м² та подальшій обробці діалізату вихід сапоніну найбільший - 31,75-47,81% до його початкової кількості у екстракті. При густині току меншій 27,6 А/м² зменшується вихід сапоніну, збільшується тривалість діалізу та питомі витрати електроенергії. При густині току більшій за 46,0 А/м² дуже швидко росте електроопір екстракту та діалізату, відбувається поляризація мембран і зменшується перехід до діалізату сапоніну.

Отже, запропонований спосіб одержання сапоніну з відходів бурякоцукрового виробництва забезпечує покращення і скорочення тривалості отримання сапоніну з хвостиків та бою буряку.

Таблиця 1

Зміна складу діалізату під час електродіалізу при густині току $36,8 \text{ A/m}^2$

рН діалізату	Напруга, В	рН екстракту	Тривалість, хв.	Питомі витрати ел. енергії, кВт-год/г. сапоніну	Перехід сапоніну до діалізату	
					г./маси буряку	% до поч. конц. в екстракті
3,90	195	9,47	15	1,103	0,0453	24,88
2,70	180	11,00	30	1,486	0,0740	40,63
2,10	160	11,67	45	2,870	0,0871	47,81
2,00	160	11,86	60	3,961	0,0884	48,50
1,97	160	11,97	75	4,728	0,0888	48,76

Таблиця 2

Дані прикладів здійснення способу

Приклад	Густина току, A/m^2	Вихід сапоніну, % до кільк. у екстракті	Напруга, В	Питомі витрати електроенергії, кВт-год./г. сапоніну
1	18,4	30,59	105	2,324
2	27,6	45,61	130	2,723
3	36,8	47,81	160	2,953
4	46,0	31,75	170	4,624
5	55,2	19,42	100	4,071

